

OPTIMASI PENGUKURAN BESI DENGAN PEREAKSI TIOSIANAT DAN 1,10-FENANTROLIN SERTA GANGGUAN BEBERAPA ION SECARA SPEKTROFOTOMETRI SINAR TAMPAK

Indriaty Ningsih*, H. L. Musa Ramang, Maming¹

¹Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Hasanuddin Makassar, Sulawesi Selatan 90245

Abstrak. Penelitian tentang optimasi pengukuran besi dengan pereaksi tiosianat dan 1,10-fenantrolin serta gangguan beberapa ion secara spektrofotometri sinar tampak yang telah dilakukan. Pada penelitian ini digunakan besi sebagai kation yang akan berikatan dengan pereaksi tiosianat dan 1,10-fenantrolin membentuk kompleks. Metode yang digunakan ada dua metode yaitu metode tiosianat dan metode 1,10-fenantrolin. Besi yang digunakan untuk metode tiosianat adalah besi(III), sedangkan besi yang digunakan untuk metode 1,10-fenantrolin adalah besi(II). Analisis dilakukan dengan metode spektrofotometri sinar tampak menggunakan alat spektronik 20D+ mulai dari penentuan panjang gelombang maksimum, pH optimum, waktu maksimum, konsentrasi optimum pereaksi, kurva kalibrasi dan pengaruh ion pengganggu. Hasil penelitian memperlihatkan bahwa penyerapan energi sinar tampak yang optimum dengan metode tiosianat pada panjang gelombang 460 nm, pH 2, waktu stabil 15 menit, sedangkan untuk metode 1,10-fenantrolin pada panjang gelombang 510 nm, pH 4, waktu stabil selama dua bulan. Ion Ni(II) dan Cd(II) mengganggu pembentukan kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin dan kompleks Fe(III)SCN⁻, sedangkan Cr(III) berkompetisi dengan Fe(II) pada pembentukan kompleks dengan 1,10-fenantrolin dan tiosianat menunjukkan bahwa Cr(III) menggunakan analisis besi pada rentang konsentrasi Cr(III) yang luas.

Kata kunci: Besi, Tiosianat, 1,10-Fenantrolin, Spektrofotometri, ion pengganggu

Abstract. Research on optimization measurement of Iron with thiocyanate reagent and 1,10-phenanthroline and the disorders of multiple ion with visible spectrometry has been done. In this study used iron as cation that will bind to thiocyanate reagent and 1,10-phenanthroline form complexes. There are two methods method used in this study that was thiocyanate method and 1,10-phenanthroline method. Iron used in thiocyanate method was Iron(III), while iron used in 1,10-phenanthroline was iron(II). The analysis was performed by visible spectrometry method used spektronik 20D+ to determine the maximum wavelength, pH optimum, time maximum, optimum concentrations of reagents, calibration curves and ion inhibitor effect. The results showed that the optimum absorption of visible light energy with thiocyanate method at a wavelength of 460 nm, pH 2, stable at minutes 15th, whereas 1,10-phenanthroline method at wavelength of 510 nm, pH 4, and stable for two months. Ion Ni(II) and Cd(II) interfere the formation of Fe(II)-1,10-phenanthroline complex and complexes of Fe(III)SCN⁻, while Cr(III) compete white Fe(II) in the formed of complexes with 1,10-phenanthroline and thiocyanate it was showed that Cr(III) interfere the analysis of iron whit phenanthroline method in wide distance concentration of Cr(III).

Keywords: Iron, Thiocyanate, 1,10-Phenanthroline, spectrophotometry, ion confounding

PENDAHULUAN

Besi adalah unsur keempat di bumi, merupakan logam yang keberadaannya memiliki jumlah besar dan beragam penggunaannya. Besi dikulit bumi pengolahannya relatif mudah dan murah, serta mempunyai sifat-sifat yang menguntungkan dan mudah dimodifikasi sehingga banyak dimanfaatkan oleh masyarakat dan industri (Canham dan Overtone, 2003). Penggunaan besi yang luas tersebut berimplikasi pada peningkatan pencemaran di lingkungan. Oleh karena itu

suatu metode diperlukan untuk analisis besi baik dalam proses industri, kesehatan maupun lingkungan diperlukan metode suatu analisis yang tepat untuk menjamin mutu data yang diperoleh.

Besi dapat dianalisis dengan menggunakan beberapa metode, antara lain gravimetri, volumetri dan spektrofotometri serapan atom dan metode spektrofotometri sinar tampak (Vogel, 1990).

Metode analisis dengan spektrofotometri sinar tampak digunakan karena selain pekerjaannya cepat,

*Alamat koresponden : indry.chemistry@gmail.com

sederhana, praktis, murah, peka dan teliti dalam hasil yang diperoleh. Metode spektrofotometri umumnya membandingkan absorbansi yang dihasilkan oleh suatu larutan yang diuji dengan absorbansi larutan baku. Larutan berwarna yang dapat diukur biasanya merupakan senyawa kompleks sehingga dapat menghasilkan nilai absorbansi yang spesifik. Besi merupakan salah satu yang umum dianalisis secara spektrofotometri melalui pembentukan kompleks dengan ligan tertentu, seperti 1,10-fenantrolin dan tiosianat (SCN) (Vogel, 1990).

Besi (Fe) mempunyai dua tingkat oksidasi, yaitu +2 (ferro), dan +3 (Ferri), sehingga terbentuk ion Fe^{2+} dan Fe^{3+} . Besi sebagai ferri dapat direduksi menjadi ferro menggunakan beberapa reduktor, diantaranya menggunakan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) atau $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Amelia (2004) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan pengompleks 1,10-fenantrolin, dan mendapatkan hasil bahwa pada konsentrasi 11 ppm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ mampu mereduksi larutan 5 ppm besi(III) dengan recovery 99,2438% pada kondisi pH optimum buffer asetat 4,5.

Dalam pengukuran besi, ion-ion dalam larutan sering memberikan gangguan yang dapat mengurangi akurasi pengukuran. Oleh sebab itu, maka dalam penelitian ini akan dilakukan studi gangguan ion-ion lain dalam analisis besi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin dan pengompleks ion tiosianat secara spektrofotometri sinar tampak.

METODE PENELITIAN

Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 1,10-fenantrolin, KCNS, CH_3COONa , HNO_3 , $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, aquabides, akuades, aluminium foil, dan *tissue roll*.

Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat yang lazim dipakai dalam laboratorium, neraca analitik (*Ohaus*), dan spektrofotometer UV-Vis (Spektronik 20D⁺)

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Desember tahun 2013 di Laboratorium Kimia Analitik Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin.

Prosedur

Metode Fenantrolin Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe(III) 0,2 mM dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan 10 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM sebagai pereduksi, ditambahkan 5 mL 1,10-fenantrolin 5 mM, ditambahkan beberapa tetes CH_3COONa 1 mM, kemudian ditambah aquabides sehingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 380-760 nm. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan pH Optimum dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) 0,2 mM dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan 10 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM sebagai pereduksi, ditambahkan 10 mL 1,10-fenantrolin 5 mM, ditambahkan beberapa tetes HNO_3 1 M pada pH 1, kemudian ditambahkan beberapa tetes CH_3COONa 1 mM, kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 5 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan. Prosedur yang sama juga dilakukan pada pH 2; 3; 4; 5; 6; dan 7.

Penentuan Waktu Optimum dengan Pengompleks 1,10-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) 0,2 mM dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan 10 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM sebagai pereduksi. Ditambahkan 5 mL 1,10-fenantrolin 5 mM dengan variasi waktu 15 menit; 30 menit; 60 menit; 2 jam; 3 jam; 6 jam; 24 jam; 2 hari; 5 hari; 10 hari; 20 hari; 40 hari; dan 60 hari. Ditambahkan beberapa tetes HNO_3 1 M pada pH optimum, ditambahkan beberapa tetes CH_3COONa 1 mM, kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan diukur absorbansinya dengan spektrofometer sinar tampak pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan Daerah Konsentrasi Fe(II) pada Metode 1,10-fenantrolin

Larutan standar Fe(III) 0,2 mM dipipet sebanyak 1 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM, ditambahkan larutan 1,10-fenantrolin 5 mM dengan variasi volume 1; 3; 5; 8; 10; 15; dan 20 mL, ditambahkan beberapa tetes HNO_3 1 M pada pH optimum, ditambahkan beberapa tetes CH_3COONa 1 M pada pH optimum, kemudian ditambahkan aquabides hingga volume mencapai tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan pada waktu optimum kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan Fe(III) dengan variasi konsentrasi 0; 0,02; 0,04; 0,06; dan 0,08 mM, masing-masing dipipet sebanyak 0; 0,1; 0,2; 0,3; dan 0,4 mL dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM, kemudian ditambahkan 3 mL larutan 1,10-fenantrolin 5 mM. Ditambahkan beberapa

tetes HNO_3 1 M pada pH optimum dan beberapa tetes CH_3COONa 1 mM, kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan pada waktu optimum kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Pengaruh Ion pada Pembentukan Kompleks Fe(II) dengan 1,10-fenantrolin

Ion pengganggu Ni(II) dengan variasi konsentrasi 0; 0,06; 0,6; dan 3 mM, masing-masing dipipet sebanyak 0; 0,3; 0,6 dan 15 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Ditambahkan 10 mL larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 1 mM, kemudian 3 mL larutan 1,10-fenantrolin 5 mM, ditambahkan beberapa tetes HNO_3 1 M pada pH optimum dan beberapa tetes CH_3COONa 1 mM, kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan pada waktu optimum kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan. Prosedur yang sama juga dilakukan pada ion Cd(II) dan Cr(III).

Metode Tiosianat Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Larutan standar Fe(III) 1 mM dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 5 mM dan 3 mL larutan HNO_3 1 M, kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 380-760 nm. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan pH Optimum dengan Pengompleks Tiosianat

Larutan standar Fe(III) 1 mM dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 5 mM dan ditambahkan beberapa tetes larutan HNO_3 1 M dengan variasi pH 1; 2; 3; 4; 5; 6;

dan 7, kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan Waktu Optimum dengan Pengompleks Tiosianat

Larutan standar Fe(III) 1mM dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 5 mM dengan variasi waktu 15 menit; 20 menit; 25 menit; 30 menit; 60 menit; 80 menit; 100 menit dan 120 menit dan ditambahkan beberapa tetes larutan HNO₃ 1 M pada pH optimum kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Penentuan Konsentrasi Pereaksi Tiosianat

Larutan standar Fe(III) 1 mM dipipet sebanyak 5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 1 mM dengan variasi volume 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20; 25; dan 30 mL dan ditambahkan beberapa tetes larutan HNO₃ 1 M pada pH optimum, kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan Fe(III) dengan variasi konsentrasi 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,1 mM, masing-masing dipipet sebanyak 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 dan 0,5 mL dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 1 M dan ditambahkan beberapa tetes larutan HNO₃ 1 M pada pH optimum, kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan.

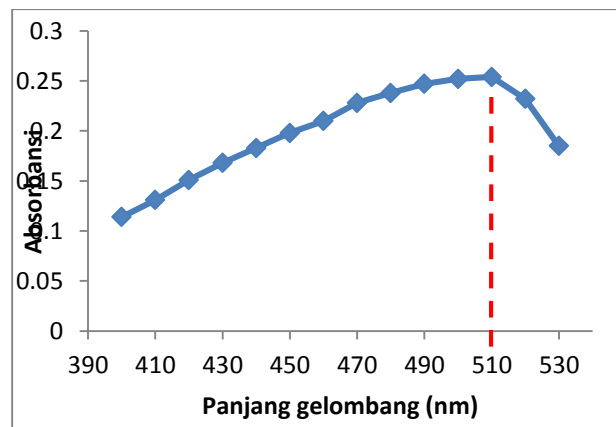
Pengaruh Ion pada Pembentukan Kompleks Fe(III) dengan Tiosianat

Ion pengganggu Ni(II) dengan variasi konsentrasi 0; 0,06 0,6; dan 3 mM, masing-masing dipipet sebanyak 0; 0,3; 0,6 dan 15 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, ditambahkan 10 mL KCNS 1 M dan ditambahkan beberapa tetes larutan HNO₃ 1 M pada pH optimum, kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Setiap percobaan dilakukan 3 kali pengulangan. Prosedur yang sama juga dilakukan pada ion Cd(II) dan Cr(III).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode Fenantrolin Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Komplek Fe(II)-1,10-fenantrolin

Panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) larutan Fe(II)-1,10-fenantrolin diperoleh absorbansi paling tinggi, yakni pada 510 nm yang merupakan puncak tertinggi. Pada λ_{maks} ini merupakan daerah serapan yang memiliki kepekaan tertinggi dan kesalahan terkecil.

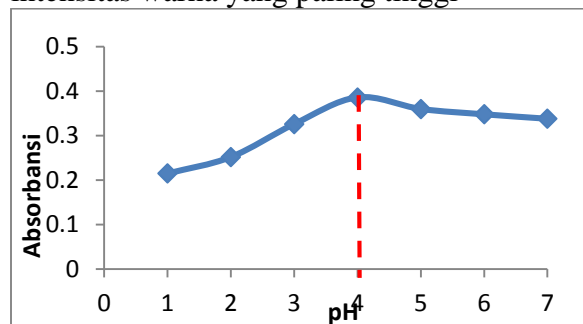


Gambar 1. Kurva serapan larutan Fe(II)-1,10-fenantrolin

Penentuan pH Optimum dengan Pengompleksan Fe(II)-1,10-fenantrolin

Penentuan pH optimum ini dilakukan dengan tujuan untuk menentukan kondisi pH pembentukan spesis secara optimum.

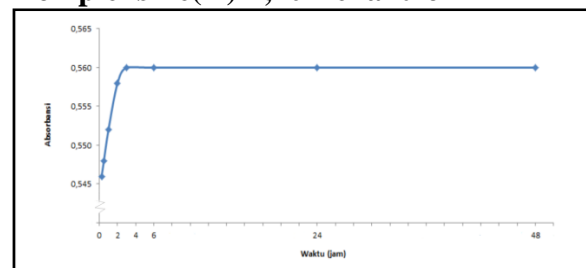
Kondisi optimum ini ditunjukkan dengan intensitas warna yang paling tinggi



Gambar 2. Kurva pH terhadap serapan larutan Fe(II)-1,10-fenantrolin

Hasil percobaan menunjukkan bahwa kondisi optimum pembentukan Fe(II)-1,10-fenantrolin pada pH 4 atau absorbansi larutan maksimum, karena senyawa kompleks banyak terbentuk pada pH 4 sedangkan pada pH di bawah atau di atas pH optimum terjadi penurunan absorbansi

Penentuan Waktu optimum Pembentukan Kompleks Fe(II)-1,10-Fenantrolin

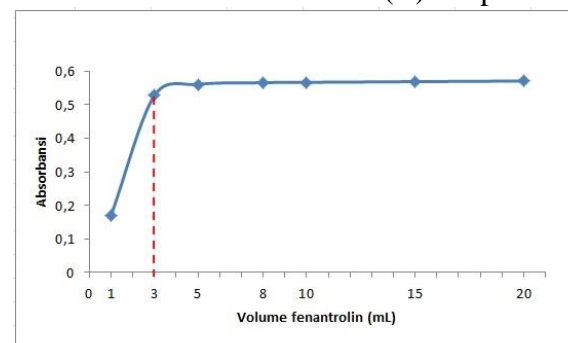


Gambar 3. Kurva waktu terhadap serapan kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin

Berdasarkan **Gambar 3** dapat dilihat bahwa pada rentang waktu 0,25-3 jam, serapan Fe(II)-1,10-fenantrolin meningkat dari 0,546 hingga 0,560 jam lalu serapannya tetap hingga 1400 jam. Fenomena ini menunjukkan bahwa waktu optimum reaksi pembentukan kompleks besi(II) dengan 1,10-fenantrolin adalah 3 jam dan stabil hingga 2 bulan atau 1400 jam karena pada waktu tersebut kompleks telah terbentuk semua dan stabil dengan jangka waktu yang lama.

Penentuan Daerah Konsentrasi Fe(II) pada Metode 1,10-fenantrolin

Asumsi reaksi pembentukan kompleks secara optimum dapat ditentukan dengan reaktan yang berlebih serta mengikuti hukum Beer. Atas dasar itu, bilangan koordinasi kompleks dapat dibuktikan dengan variasi konsentrasi atau volume larutan 1,10-fenantrolin, sementara volume larutan Fe(II) tetap.

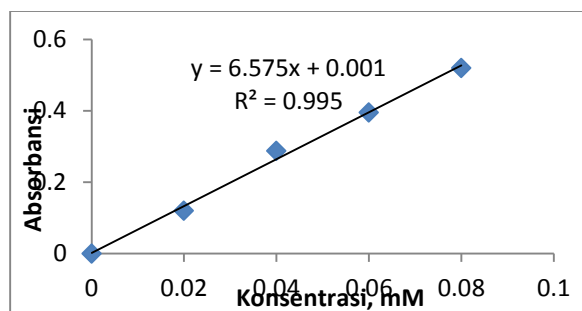


Gambar 4. Kurva volume larutan fenantrolin terhadap serapan kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin

Volume larutan 1,10-fenantrolin yang memberikan serapan maksimum adalah 3 mL dan merupakan jumlah penambahan maksimum yang memenuhi hukum Beer.

Penentuan Kurva Kalibrasi

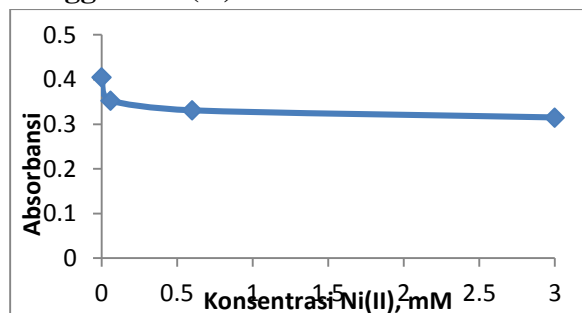
Besi yang tereduksi dianalisis berdasarkan besarnya absorbansi pada rentang konsentrasi tertentu untuk membuktikan hukum Lambert-Beer melalui dari kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi dibuat dengan dengan mengukur absorbansi deretan variasi konsentrasi Fe(II) yaitu 0 mM; 0,02 mM; 0,04 mM; 0,06 mM; dan 0,08 mM. Absorbansi masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang maksimum 510 nm



Gambar 5. Kurva kalibrasi larutan kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin

Berdasarkan **Gambar 5** di atas diketahui bahwa persamaan garis yang dihasilkan adalah $y = 6,575x + 0,001$ dengan linieritas, $r^2 = 0,995$. Sesuai hukum Beer bahwa hubungan konsentrasi dengan serapan adalah $A = a.b.c$, sedangkan persamaan garis yang diperoleh dari penelitian masih mengandung nilai tetapan yaitu 0,001.

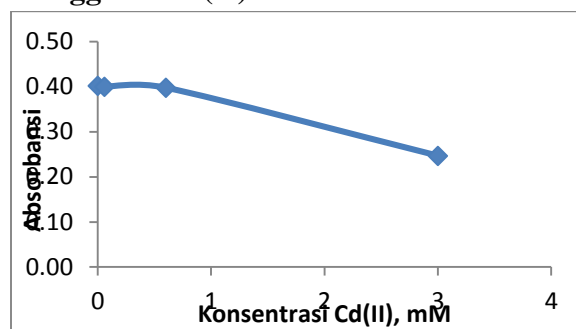
Pengaruh Ion pada Pembentukan Kompleks Fe(II) dengan 1,10-Fenantrolin Gangguan Ni(II)



Gambar 6. Pengaruh Ni(II) pada analisis Fe(II) dengan metode 1,10-fenantrolin

Penambahan Ni(II) dengan konsentrasi kecil 0,06 mM sudah menurunkan absorbansi larutan. Pada konsentrasi di atas 0,06 mM, gangguannya tampak cenderung konstan. Gangguan terhadap Ni(II) terjadi karena berkompetisi dengan besi(II) pada pembentukan kompleks dengan 1,10-fenantrolin.

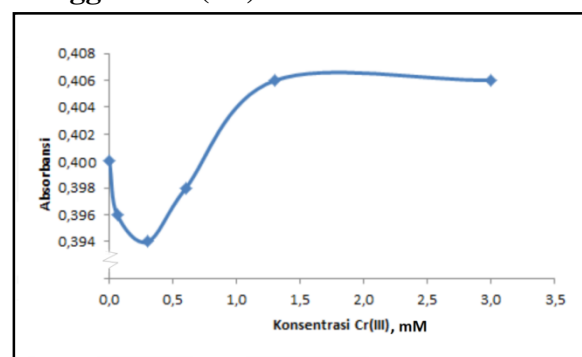
Gangguan Cd(II)



Gambar 7. Pengaruh Cd(II) pada analisis Fe(II) pada metode fenantrolin

Berdasarkan kurva yang diperoleh dapat menunjukkan bahwa Cd(II) juga berkompetisi dengan Fe(II) pada pembentukan kompleks dengan 1,10-fenantrolin pada konsentrasi Cd(II) di atas 0,6 mM. Hal ini ditandai penurunan serapan larutan sehingga nilai absorbansinya setelah penambahan Cd(II) 0,6 mM.

Gangguan Cr(III)



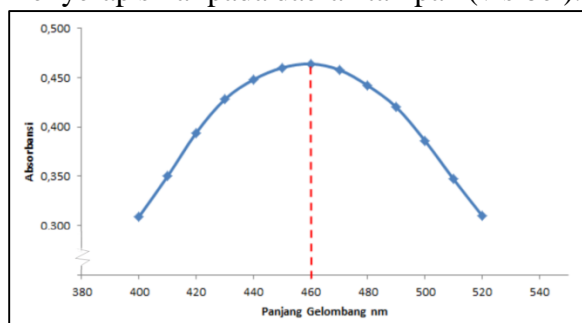
Gambar 8. Pengaruh pengganggu Cr(III) pada analisis Fe(II) dengan metode 1,10-fenantrolin

Pada konsentrasi Cr(III) 0,06 mM serapan kompleks besi turun, karena ion Fe(II) berkompetisi dengan Cr(III) dalam pembentukan kompleksnya, sedangkan pada konsentrasi di atas 0,6 mM mengalami peningkatan perlahan-lahan karena Fe(II) tergantikan oleh Cr(III) dalam kompleksnya. Apabila Cr(III) yang diberikan lebih dari sepuluh kali lipat maka nilai absorbansi yang

dihasilkan semakin tinggi yang diduga didominasi oleh serapan Cr(III)-1,10-fenantrolin.

Metode Tiosianat Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe(III) Tiosianat

Penentuan panjang gelombang maksimum pada penelitian ini dilakukan pada kisaran panjang gelombang 400-520 nm. Rentang λ tersebut terkait dengan warna komplementer yang dihasilkan oleh senyawa kompleks Fe(III)-tiosianat yang berwarna merah atau menyerap sinar pada daerah tampak (visibel).



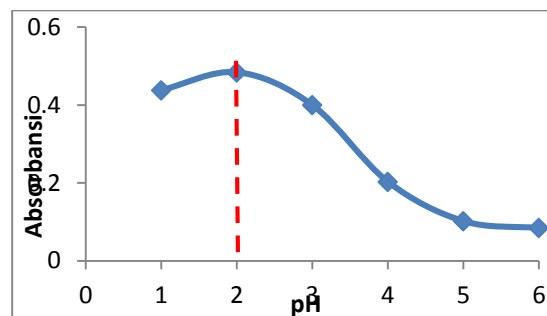
Gambar 9. Kurva serapan Fe(III)-tiosianat pada berbagai panjang gelombang (nm)

Gambar 9 menunjukkan bahwa serapan maksimum kompleks Fe(III)-tiosianat terjadi pada panjang gelombang 460 nm. Pada panjang gelombang inilah yang kemudian digunakan sebagai dasar pengukuran selanjutnya, karena pada panjang gelombang 460 nm memberikan kepekaan analisis yang maksimum sehingga dihasilkan kesalahan yang kecil.

Penentuan pH Optimum Kompleks Fe(III)-Tiosianat

Penentuan pH optimum ini dilakukan sama halnya pada metode 1,10-fenantrolin, dengan tujuan untuk menentukan kondisi pH pembentukan spesies secara optimal. Kondisi optimum ditunjukkan dengan intensitas warna yang tinggi dengan absorbansi sinar yang tinggi. Larutan kompleks Fe(III)-SCN⁻

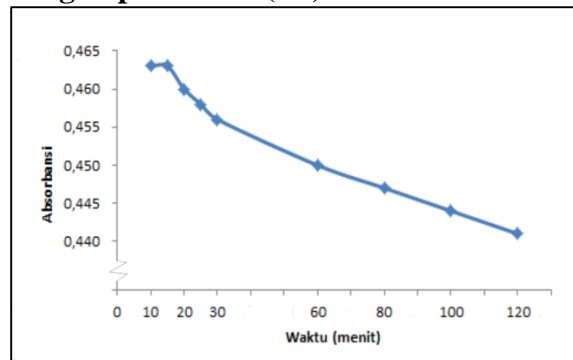
yang paling stabil berwarna merah yang relatif stabil pada rentang pH 2-9



Gambar 10. Kurva serapan berbagai pH larutan kompleks Fe(III)-tiosianat

Hal ini menunjukkan bahwa pada pH 2, Fe(III) membentuk kompleks stabil dengan ligan SCN⁻ dan jumlah molekul kompleks yang terbentuk pada pH ini lebih banyak dibanding pada pH larutan lainnya. Keasaman optimum ini selanjutnya digunakan sebagai dasar pengukuran berikutnya.

Penentuan Waktu Optimum Pengompleksan Fe(III)-Tiosianat



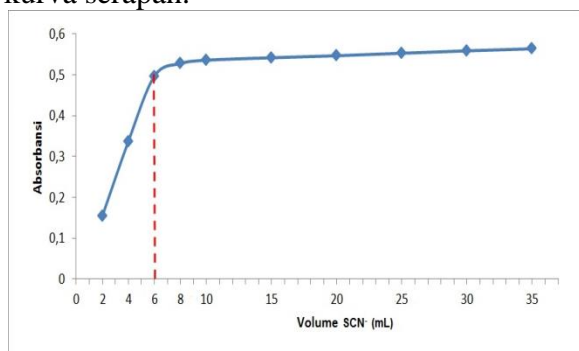
Gambar 11. Kurva waktu terhadap serapan kompleks Fe(III)-tiosianat

Gambar 11 dapat dilihat bahwa waktu sangat berpengaruh terhadap pengompleksan Fe(III) dengan tiosianat. Pengompleksan tiosianat stabil hanya 15 menit dan setelah itu absorbansinya menurun. Penurunan absorbansi tersebut mengindikasikan adanya reaksi dekompleksasi atau pembentukan

spesis yang berbeda dengan molekul sebelumnya. Waktu kestabilan kompleks tersebut jauh lebih singkat dibanding kompleks Fe(II)-1,10-fenantrolin yang stabil hingga 2 bulan

Penentuan Daerah Konsentrasi Fe(III) pada Metode Tiosianat

Penentuan daerah konsentrasi Fe(III) pada metode tiosianat dilakukan untuk membuktikan reaksi antara Fe(III) dengan ligan SCN^- dan rentang jumlah ligan yang memenuhi hukum Beer. Bilangan koordinasi kompleks dapat dibuktikan melalui berdasarkan volume tiosianat pada reaksi pembentukan kompleks Fe(III) dengan ligan SCN^- yang menghasilkan perpotongan kurva serapan.

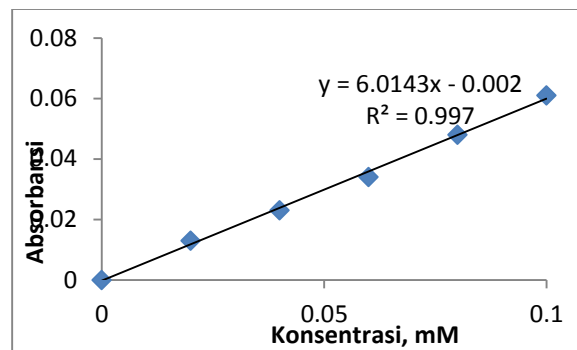


Gambar 12. Kurva volume tiosianat terhadap serapan kompleks Fe(III)-tiosianat

Pada **Gambar 12** diatas dapat dilihat bahwa volume tiosianat membentuk kompleks secara optimum dan memenuhi hukum Beer yaitu 1–6 mL, sedangkan pada volume 7–35 mL atau volume SCN^- sudah berlebih dan tidak ada lagi kompleks yang terbentuk. Jadi volume yang bisa digunakan dalam analisis Fe dengan metode tiosianat adalah 1 - 6 mL.

Penentuan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi pada penelitian ini dilakukan dengan cara yang sama pada metode sebelumnya.

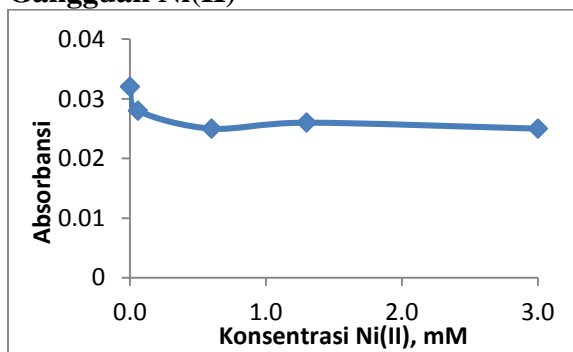


Gambar 13. Kurva kalibrasi pada analisis Fe(III) dengan metode tiosianat

Hal yang sama juga didapatkan pada metode sebelumnya, bahwa persamaan garis yang terbentuk adalah $y = 6,014x + 0,002$ dengan linieritas $r^2 = 0,997$. Sesuai hukum Beer bahwa hubungan konsentrasi dengan serapan adalah $A = a.b.c$, sedangkan persamaan garis yang diperoleh dalam penelitian ini masih mengandung nilai tetapan sebesar 0,002. Walaupun tetapan belum memenuhi hukum Lambert Beer dengan nilai tetapan tersebut, namun tergolong sangat kecil sehingga tingkat kesalahan metode sangat kecil.

Pengaruh Ion pada Pembentukan Kompleks Fe(II) dengan Tiosianat

Gangguan Ni(II)

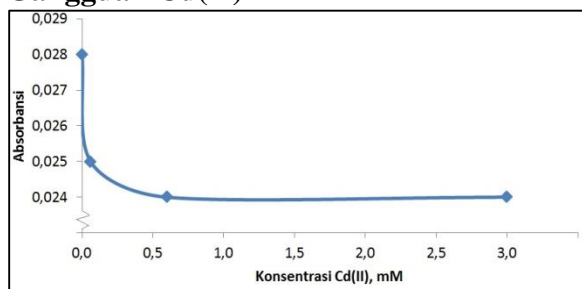


Gambar 14. Kurva kalibrasi pada analisis Fe(III) dengan metode tiosianat

Gambar 14 memperlihatkan bahwa absorbansi larutan kompleks Fe(III)- SCN^- tanpa ion pengganggu Ni(II) sebesar 0,032 nm, selanjutnya dengan penambahan Ni(II), absorbansi Fe(III)- SCN^- mengalami

penurunan. Gangguan terhadap Ni(II) ini terjadi karena Fe(III) berkompetisi dengan Ni(II) pada pembentukan kompleks dengan CNS.

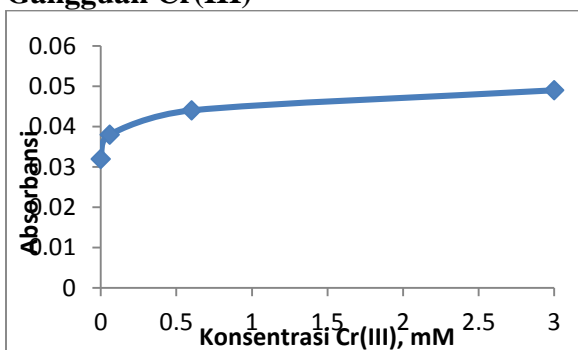
Gangguan Cd(II)



Gambar 15. Pengaruh Cd(II) pada analisis Fe(III) dengan metode tiosianat

Fenomena ini menunjukkan bahwa bahwa Cd(II) sangat mengganggu dalam analisis Fe(III) ketika konsentrasinya dibawah 0,5 mM, namun pada konsentrasi lebih tinggi tidak lagi memberikan pengaruh dalam analisis Fe(III) meskipun serapan sedikit lebih rendah 0,024 relatif tanpa Cd(II). Dengan demikian, dalam analisis Fe(III) dengan metode ini sebaiknya dihindari penggunaan Cd(II), terutama bila konsentrasinya dibawah 0,5 mM.

Gangguan Cr(III)



Gambar 16. Pengaruh Cr(III) pada analisis Fe(III) dengan metode tiosianat

Berdasarkan **Gambar 16** dapat dilihat bahwa Fe(III)-SCN⁻ tanpa ion pengganggu Cr(III) menghasilkan nilai absorbansi 0.032 nm,

namun setelah ditambahkan ion Cr(III), mengalami kenaikan terus menerus hingga penambahan Cr(III) 3 mM. Keberadaan Fe(III) tergantikan oleh Cr(III) jadi kompleks yang terbentuk adalah Cr(III)-SCN⁻. Hal ini sangat berbeda dengan ion pengganggu lainnya dimana pada Ni(II) dan Cd(II) mengalami penurunan absorbansi, sedangkan dengan Cr(III) mengalami kenaikan absorbansi, karena diperkirakan serapan panjang gelombang Fe sama dengan panjang gelombang Cr.

KESIMPULAN

1. Keasaman optimum dalam analisis Fe secara spektrofotometri dengan pereaksi 1,10-fenantrolin adalah pH 2 pada λ_{maks} 460 nm sedangkan pH dengan pereaksi tiosianat adalah pH 4 pada λ_{maks} 510 nm.
2. Waktu pembentukan kompleks pada analisis Fe dengan pereaksi tiosianat sangat cepat dan stabil hingga 15 menit sedangkan pada pereaksi 1,10-fenantrolin adalah 3 menit dan stabil hingga dua bulan.
3. Ion Ni(II) dan Cd(II) dan Cr(III) mengganggu analisis Fe baik dengan pereaksi 1,10-fenantrolin maupun dengan tiosianat tergantung konsentrasinya, yaitu Ni(II) pada konsentrasi <0,5 mM baik dengan pereaksi fenantrolin maupun tiosianat; Cd(II) pada konsentrasi >0,5 mM dengan pereaksi fenantrolin, sebaliknya <0,5 mM dengan pereaksi tiosianat; Cr(III) mengganggu pada semua rentang konsentrasi dengan fenantrolin sedangkan dengan pereaksi tiosianat hanya ketika konsentrasinya <0,6 mM.

DAFTAR PUSTAKA

Amalia, 2004, *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi*

Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi Secara Spektrofotometri UV-Vis, Tugas akhir, Surabaya.

edisi kelima. Penerjemah: Setiono dan Hadyana Pudjaatmaka, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.

Canham, G.R dan Overtone, T., 2003, *Descirptive Inorganic Chemistry*, 3rd ed., WH. Freeman and Company, New York.

Vogel, A.I., 1990, *Analisa Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*,